мочевины (Ia-ц), 1,000 г (2,33 ммоль) ФИТФА и 10 мл метанола интенсивно перемешивали при кипячении в течение 3 ч. В охлажденную реакционную массу (если не произошло выпадение осадка) приливали 3 мл воды. В зависимости от природы мочевины, сразу или по истечении некоторого времени (3 ч…3 сут) в водно-метанольном растворе выпадали кристаллы. Выпавший осадок фильтровали, сушили, промывали ацетоном. В случае использования приема дробного фильтрования осадки объединяли. Таким образом получали целевые МБМ (IIa-ц) в виде белых кристаллов. Результаты их синтезов, а также данные ИК-, ^{1}H ЯМР-спектров приведены ниже. Для МБМ (IIи) спектральные характеристики дополнительно представлены данными ЯМР ^{13}C и масс-спектров.

1,7-Ди(3′-пентил)-метиленбисмочевина (IIa, R = CHEt$_2$). Выход 0,260 г (82 %), $T_{пл}$ 229…230 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1629 (С=О), 3334 ш.с. (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 1,09 т (12H, 4CH$_3$, J 6,0 Гц), 1,60 кв (8H, 4CH$_2$, J 5,8 Гц), 3,80…4,00 м (2H, 2CH), 4,52 т (2H, CH$_2$, J 6,0 Гц), 6,17 д (2H, 2NH, J 8,0 Гц), 6,52 т (2H, NH, J 5,0 Гц).

1,7-Ди(4′-гептил)-метиленбисмочевина (IIб, R = CHPr$_2$). Выход 0,322 г (84 %), $T_{пл}$ 211…213 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1629 (С=О), 3343 (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 1,11 т (12H, 4CH$_3$, J 6,0 Гц), 1,54 д (16H, 8CH$_2$, J 4,0 Гц), 3,75…3,96 м (2H, 2CH), 4,48 т (2H, CH$_2$, J 6,5 Гц), 6,15 д (2H, 2NH, J 5,5 Гц), 6,49 т (2H, 2NH, J 6,5 Гц).

1,7-Ди(2′-метил-3′-бутил)-метиленбисмочевина (IIв, R = CH(i-Pr)Me). Выход 0,195 г (62 %), $T_{пл}$ 206…207′С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1629 (С=О), 3343 (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 1,02…1,34 м (18H, 6CH$_3$), 1,68…2,04 м (2H, 2CH), 3,82 ск (2H, 2CH, J 4,0 Гц), 4,51 т (2H, CH$_2$, J 6,0 Гц), 6,23 д (2H, 2NH, J 8,5 Гц), 6,56 т (2H, 2NH, J 6,0 Гц).

1,7-Ди(2′-гексил)-метиленбисмочевина (IIг, R = CH(n-Bu)Me). Выход 0,107 г (61 %), $T_{пл}$ 164…166 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1630 (С=О), 3344 (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 0,90…1,30 м (12H, 4CH$_3$), 1,30…1,84 м (12H, 6CH$_2$), 3,98 ск (2H, 2CH, J 4,5 Гц), 4,48 т (2H, CH$_2$, J 6,0 Гц), 6,18 д (2H, 2NH, J 7,5 Гц), 6,52 т (2H, 2NH, J 6,0 Гц).

1,7-Ди(6′-ундекил)-метиленбисмочевина (IIд, R = CH(n-C$_5$H$_{11}$)$_2$). Выход 0,226 г (44 %), $T_{пл}$ 152…154 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1621 (С=О), 3346 ш.с (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 0,90…1,26 м (12H, 4CH$_3$), 1,26…2,02 м (32H, 16CH$_2$), 3,75…3,91 м (2H, 2CH), 4,50 т (2H, CH$_2$, J 6,0 Гц), 6,11 д (2H, 2NH, J 7,5 Гц), 6,51 т (2H, 2NH, J 6,0 Гц).

1,7-Ди(2′-октил)-метиленбисмочевина (IIe, R = CH(C$_6$H$_{13}$)Me). Выход 0,085 г (21 %), $T_{пл}$ 109…111 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1627 (С=О), 3343 (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ,, м.д.: 0,90…1,34 м (12H, 4CH$_3$), 1,34…1,80 м (20H, 10CH$_2$), 3,65…3,94 м (2H, 2CH), 4,46 т (2H, CH$_2$, J 6,0 Гц), 6,19 д (2H, 2NH, J 8,0 Гц), 6,52 т (2H, 2NH, J 6,5 Гц).

1,7-Ди(2′-метил-2′-пропил)-метиленбисмочевина (IIж, R = t-Bu). Выход 0,196 г (69 %), $T_{пл}$ 212…213 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1626 (С=О), 3350, 3359 (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 1,49 с (18H, 6CH$_3$), 4,42 т (2H, CH$_2$, J 6,0 Гц), 6,16 с (2H, 2NH), 6,45 т (2H, 2NH, J 7,0 Гц).

1,7-Ди(1′-фенил-2′-бутил)-метиленбисмочевина (IIз, R = CH(CH$_2$Ph)Et). Выход 0,023 г (5 %), $T_{пл}$ 132…134 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1626 (С=О), 3346 ш.с (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 1,05 т (6H, 2CH$_3$, J 6,5 Гц), 1,52 кв (4H, 2CH$_2$, J 7,0 Гц), 2,90 д (4H, 2CH$_2$, J 6,0 Гц), 3,94 ск (2H, 2CH, J 5,0 Гц), 4,47 т (2H, CH$_2$, J 6,5 Гц), 6,27 д (2H, 2NH, J 7,5 Гц), 6,59 т (2H, NH, J 6,5 Гц), 7,46 с (10H, 2C$_6$H$_5$).

1,7-Дибензил-метиленбисмочевина (IIи, R = = CH$_2$Ph). Выход 0,207 г (57 %), $T_{пл}$ 200…201 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1630 (С=О), 3352 (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 4,46 д (4H, 2CH$_2$, J 6,5 Гц), 4,58 т (2H, CH$_2$, J 6,0 Гц), 6,85 т (4H, 4NH, J 6,5 Гц), 7,51 с (10H, 2C$_6$H$_5$). Спектр ЯМР ^{13}C, DMCO-d$_6$+CDCl$_3$+Cr(AcAc)$_3$, δ$_c$, м.д.: 156,15 (С=О), 138,59 (C[1], аром.), 126,39…124,60 (аром.). Спектр ЯМР ^{13}C, CF$_3$COOD+C$_6$D$_6$, δ$_c$, м.д.: 162,43 (С=О), 131,53…128,60 (аром.), 49,75 (CH$_2$), 47,17 (CH$_2$). Масс-спектр, m/z ($I_{отн.}$, %): 163 (2,4) [M$^+$–PhCH$_2$–NH–CO–NH], 162 (11,0), 161 (11,7), 150 (28,2), 106 (38,0), 91 (100), 79 (17,3), 77 (13,1), 65 (12,9), 51 (7,8), 45 (4,4), 44 (3,4), 43 (2,5), 39 (4,7), 30 (29,5), 28 (15,9).

1,7-Ди(1′-фенил-1′-этил)-метиленбисмочевина (IIк, R = CH(Me)Ph). Выход 0,205 г (52 %), $T_{пл}$ 201…202 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1629 (С=О), 3335 ш.с (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 1,56 д (6H, 2CH$_3$, J 7,0 Гц), 4,52 т (2H, CH$_2$, J 7,0 Гц), 5,01 кв (2H, 2CH, J 6,5 Гц), 6,69 т (2H, 2NH, J 6,0 Гц), 6,89 д (2H, 2NH, J 7,5 Гц), 7,53 с (10H, 2C$_6$H$_5$).

1,7-Ди(1′-{4′-толил}-1′-этил)-метиленбисмочевина (IIл, R = CH(Me)4-Tol). Выход 0,246 г (57 %), $T_{пл}$ 196…198 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1623 (С=О), 3299, 3374 (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 1,54 д (6H, 2CH$_3$, J 7,0 Гц), 2,53 с (6H, 2CH$_3$), 4,51 т (2H, CH$_2$, J 5,0 Гц), 4,97 кв (2H, 2CH, J 6,0 Гц), 6,65 т (2H, 2NH, J 7,0 Гц), 6,83 д (2H, 2NH, J 7,5 Гц), 7,38 ш.с (8H, 2C$_6$H$_4$).

1,7-Ди(1′-фенил-1′-пропил)-метиленбисмочевина (IIм, R = CH(Et)Ph). Выход 0,245 г (57 %), $T_{пл}$ 193…195 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1627 (С=О), 3317, 3357 (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 1,05 т (6H, 2CH$_3$, J 7,5 Гц), 1,88 кв (4H, 2CH$_2$, J 7,0 Гц), 4,51 т (2H, CH$_2$, J 6,5 Гц), 4,81 к (2H, 2CH, J 6,5 Гц), 6,68 т (2H, 2NH, J 6,0 Гц), 6,89 д (2H, 2NH, J 8,5 Гц), 7.51 с (10H, 2C$_6$H$_5$).

1,7-Ди(1′-фенил-1′-бутил)-метиленбисмочевина (IIн, R = CH(n-Pr)Ph). Выход 0,346 г (75 %), $T_{пл}$ 186…188 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1631 (С=О), 3346 ш.с (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 1,11 т (6H, 2CH$_3$, J 6,5 Гц), 1,50 ск (4H, 2CH$_2$, J 6,5 Гц), 1,85 к (4H, 2CH$_2$, J 7,0 Гц), 4.49 т (2H, CH$_2$, J 5,5 Гц), 4,89 к (2H, 2CH, J 7,0 Гц), 6,68 т (2H, 2NH, J 5,5 Гц), 6,93 д (2H, 2NH, J 8,5 Гц), 7.50 с (10H, 2C$_6$H$_5$).

1,7-Ди(1′-фенил-2′-метил-1′-пропил)-метиленбисмочевина (IIо, R = CH(i-Pr)Ph). Выход 0,262 г (57 %), $T_{пл}$ 226…227 °С. ИК спектр, ν, см$^{-1}$: 1629 (С=О), 3343 ш.с (NH). Спектр ЯМР ^{1}H, DMSO-d$_6$, δ, м.д.: 1,06 д (12H, 4CH$_3$, J 6,5 Гц), 2,00…2,25 м (2H, 2CH), 4,50 т

(2H, CH_2, J 6,0 Гц), 4,74 т (2H, 2CH, J 6,0 Гц), 6,74 т (2H, 2NH, J 6,0 Гц), 6,91 д (2H, 2NH, J 8,5 Гц), 7,51 с (10H, $2C_6H_5$).

1,7-Ди(1′-фенил-1′-пентил)-метиленбисмочевина (IIп, R = CH(n-Bu)Ph). Выход 0,238 г (48 %), $T_{пл}$ 196…197 °C. ИК спектр, ν, $см^{-1}$: 1626 (C=O), 3315, 3340 (NH). Спектр ЯМР ^1H, DMSO-d_6, δ, м.д.: 1,06 т (6H, $2CH_3$, J 6,0 Гц), 1,20…1,68 м (8H, $4CH_2$), 1,84 к (4H, $2CH_2$, J 6,5 Гц), 4,47 т (2H, CH_2, J 6,0 Гц), 4,86 к (2H, 2CH, J 7,0 Гц), 6,66 т (2H, 2NH, J 6,0 Гц), 6,88 д (2H, 2NH, J 8,0 Гц), 7,48 с (10H, $2C_6H_5$).

1,7-Ди(1′-фенил-3′-метил-1′-бутил)-метиленбисмочевина (IIр, R = CH(i-Bu)Ph). Выход 0,351 г (71 %), $T_{пл}$ 196…197 °C. ИК спектр, ν, $см^{-1}$: 1629 (C=O), 3367 (NH). Спектр ЯМР ^1H, DMSO-d_6, δ, м.д.: 1,14 д (12H, $4CH_3$, J 5,0 Гц), 1,50…1,90 м (6H, 2CH, $2CH_2$), 4,48 т (2H, CH_2, J 6,0 Гц), 4,94 к (2H, 2CH, J 5,5 Гц), 6,63 т (2H, 2NH, J 7,0 Гц), 6,88 д (2H, 2NH, J 9,0 Гц), 7,50 с (10H, $2C_6H_5$).

1,7-Ди(1′,2′-дифенил-1′-этил)-метиленбисмочевина (IIс, R = CH(CH_2Ph)Ph). Выход 0,219 г (38 %), $T_{пл}$ 179…180°C. ИК спектр, ν, $см^{-1}$: 1633 (C=O), 3307, 3367 (NH). Спектр ЯМР ^1H, DMSO-d_6, δ, м.д.: 3,15 д (4H, $2CH_2$, J 6,5 Гц), 4,42 т (2H, CH_2, J 5,5 Гц), 5,14 к (2H, 2CH, J 8,0 Гц), 6,70 т (2H, 2NH, J 6,0 Гц), 6,97 д (2H, 2NH, J 7,5 Гц), 7,42 с (10H, $2C_6H_5$), 7,48 с (10H, $2C_6H_5$).

1,7-Ди(1′,3′-дифенил-1′-пропил)-метиленбисмочевина (IIт, R = CH(CH_2-CH_2Ph)Ph). Выход 0,384 г (66 %), $T_{пл}$ 195…196 °C. ИК спектр, ν, $см^{-1}$: 1629 (C=O), 3342 ш.с (NH). Спектр ЯМР ^1H, DMSO-d_6, δ, м.д.: 2,14 к (4H, $2CH_2$, J 7,0 Гц), 2,76 т (4H, $2CH_2$, J 7,5 Гц), 4,53 т (2H, CH_2, J 7,0 Гц), 4,91 к (2H, 2CH, J 7,0 Гц), 6,73 т (2H, 2NH, J 6,5 Гц), 7,05 д (2H, 2NH, J 8,5 Гц), 7,41 д (10H, $2C_6H_5$, J 3,0 Гц), 7,50 с (10H, $2C_6H_5$).

1,7-Дибензгидрил-метиленбисмочевина (IIу, R = $CHPh_2$). Выход 0,464 г (86 %), $T_{пл}$ >280 °C. ИК спектр, ν, $см^{-1}$: 1626 (C=O), 3266, 3399 (NH). Спектр ЯМР ^1H, DMSO-d_6, δ, м.д.: 4,57 т (2H, CH_2, J 6,0 Гц), 6,18 д (2H, 2CH, J 8,0 Гц), 6,84 т (2H, 2NH, J 6,5 Гц), 7,25 д (2H, 2NH, J 11,5 Гц), 7,40…7,70 м (20H, $4C_6H_5$).

1,7-Ди(3′-хлор-бензгидрил)-метиленбисмочевина (IIф, R = CH(m-ClC_6H_4)Ph). Выход 0,506 г (82 %), $T_{пл}$ 266 °C. ИК спектр, ν, $см^{-1}$: 1626 (C=O), 3284, 3385 (NH). Спектр ЯМР ^1H, DMSO-d_6, δ, м.д.: 4,57 т (2H, CH_2, J 6,0 Гц), 6,19 д (2H, 2CH, J 8,5 Гц), 6,85 т (2H, 2NH, J 6,5 Гц), 7,23 д (2H, 2NH, J 8,5 Гц), 7,53 с (18H, $2C_6H_5$, $2C_6H_4$).

1,7-Ди(2′-иод-бензгидрил)-метиленбисмочевина (IIх, R = CH(o-IC_6H_4)Ph). Выход 0,266 г (64 %), $T_{пл}$ 248…252 °C. ИК спектр, ν, $см^{-1}$: 1627 (C=O), 3355 (NH). Спектр ЯМР ^1H, DMSO-d_6, δ, м.д.: 4,54 т (2H, CH_2, J 7,0 Гц), 6,37 д (2H, 2CH, J 8,0 Гц), 6,82 т (2H, 2NH, J 6,0 Гц), 7,20…7,74 м (18H, $2C_6H_5$, $2C_6H_4$), 8,12 д (2H, 2NH, J 7,0 Гц).

1,7-Ди(3′,4″-диметилбензгидрил)-метиленбисмочевина (IIц, R = CH(4-Tol)3-Tol). Выход 0,174 г (58 %), $T_{пл}$ 246…247 °C. ИК спектр, ν, $см^{-1}$: 1626 (C=O), 3376 (NH). Спектр ЯМР ^1H, DMSO-d_6, δ, м.д.: 2,51 с (12H, $4CH_3$), 4,54 т (2H, CH_2, J 6,5 Гц), 6,09 д (2H, 2CH, J 8,0 Гц), 6,80 т (2H, 2NH, J 7,0 Гц), 7,13 д (2H, 2NH, J 6,0 Гц), 7,18…7,50 м (16H, $4C_6H_4$).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Бакибаев А.А., Тигнибидина Л.Г., Добычина Н.С., Бугаева Л.И., Штрыкова В.В., Пустовойтов А.В. Успехи химии ациклических мочевин в синтезе новых биологически активных соединений // В кн.: Успехи химии в создании новых биологически активных соединений / Под ред. А.А. Бакибаева. – Томск: Изд-во НТЛ, 1998. – С. 12–30.
2. Singh S.P., Batra H., Sharma P.K., Prakash O. A facile synthesis of 4-pyrazolylthiazoles and 4-pyrazolyl-mercaptoimidazoles using [hydroxy(tosyl-oxy)iodo]-benzene // J. Indian Chem. Soc. – 1997. – V. 74. – № 11–12. – P. 940–942.
3. Moriarty R.M., Vaid B.K., Vaid R.K., Duncan M.P. One pot synthesis of 2-amino-4,5-substituted thiazoles and 2-amino-4,5-substituted selenazoles using [hydroxy-(tosyloxy)iodo]benzene, ketones and thiourea/selenourea in acetonitrile // Abstr. Pap. 194th ACS Nat. Meet. (Amer. Chem. Soc.). New Orleans, La, Aug. 30–Sept. 4. 1987. – Washington, D.C., 1987. – P. 882–883.
4. Moriarty R.M., Vaid B.K., Duncan M.P., Levy S.G., Prakash O., Goyal S. A one-pot synthesis of amino and 2-(arylamino)-substituted thiazoles and selenazoles using [hydroxy(tosyloxy)iodo]benzene, carbonyl componds and thioureas or selenoureas: a modification of the Hantzsch synthesis // Synthesis (BRD). – 1992. – № 9. – P. 845–846.
5. Prakash O., Saini S., Saim N., Prakash I., Singh S.P. Use of [hydroxy(tosyloxy)iodo]benzene in the synthesis of ethyl 4-(2-substituted amino-4-thiazolyl)phenoxyacetates and acids as antiinflammatory agents // Indian. J. Chem. B. – 1995. – V. 34. – № 7. – P. 660–663.
6. Singh S.P., Naithani R., Aggarwal R., Prakash O. A convenient synthesis of 4-(2-furyl)-2-substituted thiazoles utilising [hydroxy(tosyloxy)iodo]benzene // Synth. Commun. – 1998. – V. 28. – № 13. – P. 2371–2378.
7. Prakash O., Rani N., Goyal S. Hypervalent iodine in the synthesis of bridgehead heterocycles: novel and facile synthesis of 3-substituted-5,6-dihidroimidazo[2,1-b]thriazoles and 3-phenylthiazolo[3,2-a]benzimidazole from acetophenones using [hydroxy(tosylo-xy)iodo]benzene // J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1. – 1992. – № 6. – P. 707–709.
8. Мамаева Е.А., Бакибаев А.А. Неожиданная димеризация N-арилалкил-мочевин под действием фенил-иодозотрифторацетата в метанольном растворе // Известия вузов. Химия и химическая технология. – 2000. – Т. 43. – № 3. – С. 107–108.
9. Spyroudis S., Varvoglis A. Dehydrogenations with phenyliodine difluoroacetate // Synthesis. – 1975. – № 7. – P. 445–447.
10. Seveno A., Morel G., Foucaund A., Marchand E. Dimerisation des α-cyanoesters par le diacetate d’iodosobenzene // Tetrahedron Lett. – 1977. – № 38. – P. 3349–3352.
11. Narasaka K., Morikawa A., Saigo K., Mukaijama T. Efficient methods for oxidation of alcohols // Bull. Chem. Soc. Japan. – 1977. – V. 50. – № 10. – P. 2773–2776.
12. Неницеску К.Д. Органическая химия / Под ред. академика М.И. Кабачника – М.: Изд-во иностранной литературы,

1962. – Т. 1. – С. 815–824.

13. Степаненко Б.Н. Курс органической химии. – М.: Высшая школа, 1979. – С. 259–260.
14. Михалева М.А. Пиразолопиримидины. Изучение конденсации окси- и аминопиразолов с бисмочевинами. Автореф. дис. … канд. хим. наук. – Новосибирск, 1973. – 19 с.
15. Меркушев Е.Б., Шварцберг М.С. Иодистые органические соединения и синтезы на их основе. – Томск: Томский государственный педагогический университет, 1978. – С. 34–36.

УДК 543.25